



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **06310076 A**(43) Date of publication of application: **04 . 11 . 94**

(51) Int. Cl.

**H01J 37/28****H01J 37/05****H01J 37/244****H01J 37/26**(21) Application number: **05102153**(22) Date of filing: **28 . 04 . 93**(71) Applicant: **HITACHI LTD CENTRAL RES  
INST OF ELECTRIC POWER IND**(72) Inventor: **NAKAIZUMI YASUSHI  
ISHIDA MASAYOSHI  
OKAMOTO TATSUKI  
OKURA AKIMITSU  
NAKAGAWA MINE****(54) TRANSMISSION TYPE SCANNING ELECTRON  
BEAM DEVICE AND SAMPLE DENSITY  
MEASURING METHOD**

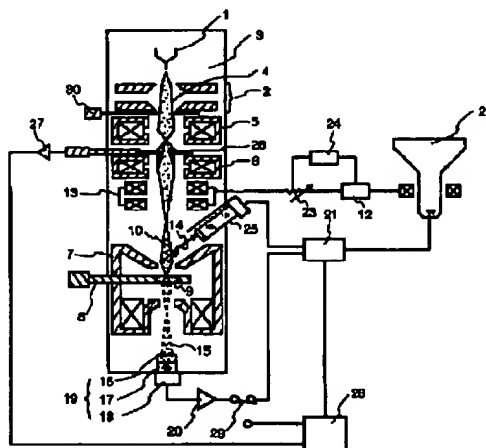
between transmissivity of the electron beam of the sample, a sample thickness ( $t$ ) in the scanning area and density  $\rho$  of a substance.

(57) Abstract:

COPYRIGHT: (C)1994,JPO

**PURPOSE:** To measure density of a substance in a scanning area by arranging a means to detect incident electron intensity to a sample and a means to detect transmitted electron intensity after passing through the sample, and carrying out computation on a ratio of the incident electron intensity to the transmitted electron intensity.

**CONSTITUTION:** An electron beam 4 emitted from a field emission type electron gun 3 is converged to a narrow electron probe 10 on a surface of a sample 9 by capacitor lenses 5 and 6 and an objective lens 7. Here, in order to make a part of the probe 10 detected by an objective lens diaphragm 26 in proportion to an incident electron current, an absorption electron signal detected by the diaphragm 26 is amplified, and is converted into a signal having incident electron intensity  $I_{in}$  by multiplying a proportional constant. On the other hand, transmitted electron intensity  $I_{out}$  is regarded as the same with a transmitted electron signal detected by a transmitted electron detector 19, and is introduced to a computing circuit 28, and computation on  $I_{in}/I_{out}$  is carried out, and it is displayed on a CRT 22 by a changeover switch 29. Thereby, density of a substance in a scanning area can be found from the relationship



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-310076

(43)公開日 平成6年(1994)11月4日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

H 0 1 J 37/28  
37/05  
37/244  
37/26

識別記号

Z

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平5-102153

(22)出願日 平成5年(1993)4月28日

(71)出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(71)出願人 000173809

財団法人電力中央研究所

東京都千代田区大手町1丁目6番1号

(72)発明者 中泉 泰

茨城県勝田市大字市毛882番地 株式会社

日立製作所計測器事業部内

(72)発明者 石田 政義

神奈川県横須賀市長坂2丁目6番1号 財

団法人 電力中央研究所 横須賀研究所内

(74)代理人 弁理士 小川 勝男

最終頁に続く

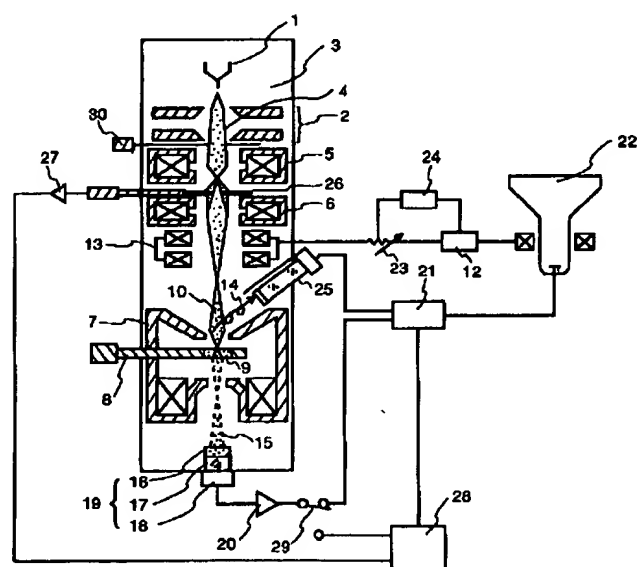
(54)【発明の名称】 透過形走査電子線装置及び試料密度測定方法

(57)【要約】

【目的】従来技術では達しえなかった、微視的な領域での物質の密度、特に高分子材料での密度を、透過形走査電子線装置を用いて評価できる手段と方法を提供することにある。

【構成】STEMによる微小領域の観察だけでなく、試料への入射電子強度を検出する手段と、前記試料を透過した電子強度を検出する手段を設け、透過電子強度と入射電子強度の比、すなわち、その試料の電子線透過率と、走査領域での試料厚さ $t$  x 物質の密度 $\rho$ との関係から、走査領域中の物質の密度を評価できるよう構成したもの。

図 1



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】電子線を試料上で走査する手段を有し、前記試料から検出された信号を表示手段に導入して走査像を得る装置において、試料への入射電子強度を検出する手段と、試料を透過した電子信号を検出して透過走査像を得る手段とを有することを特徴とする透過形走査電子線装置。

【請求項2】請求項1において、前記試料への入射電子強度を検出する手段は、入射電子光軸から出し入れできるよう構成したことを特徴とする透過形走査電子線装置。

【請求項3】請求項1において、前記試料への入射電子強度検出手段は、試料より上方へ設けた偏向手段により、照射電子線光軸より電子プローブを偏向させて試料への照射電流を検出するよう構成したことを特徴とする透過形走査電子線装置。

【請求項4】請求項1において、前記試料を透過した電子強度を検出する手段は、透過電子線光軸の中心軸から出し入れできるよう構成したことを特徴とする透過形走査電子線装置。

【請求項5】請求項1において、前記試料を透過した電子強度を検出する手段は、試料の下方に設けた偏向手段により、透過電子線の中心軸より透過電子線を偏向させて検出するよう構成したことを特徴とする透過形走査電子線装置。

【請求項6】請求項1において、前記試料を透過した電子強度を検出する手段として、透過電子エネルギー分析装置を備えていることを特徴とする透過形走査電子線装置。

【請求項7】請求項1において、前記試料への入射電子強度と、透過電子強度を取り込んで両者の比を出力する演算手段を備えていることを特徴とする透過形走査電子線装置。

【請求項8】請求項1において、前記試料の下方に透過電子エネルギー分析装置を備えていることを特徴とする透過形走査電子線装置。

【請求項9】請求項1において、前記試料に入射する前記電子線のエネルギーは30keV以下であることを特徴とする透過形走査電子線装置。

【請求項10】電子線を試料上で走査し、当該試料の密度を測定する方法において、上記試料へ入射される電子線強度と、上記試料を透過した電子線強度とを求め、上記入射電子線強度と上記透過電子線強度とを比較し、上記試料の密度を測定することを特徴とする試料密度測定方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は走査形電子顕微鏡及び該装置等を利用した試料密度測定方法に係り、特に透過形走査電子顕微鏡に使用するに好適な装置及び測定方法に

関する。

## 【0002】

【従来の技術】細く絞った電子線を試料上で走査して、試料から発生した二次電子、反射電子（後方散乱電子）、透過電子、X線、カソードルミネッセンスなどの信号を検出して走査像を表示する装置、いわゆる走査形電子顕微鏡（SEM）は、試料の微小領域を観察する装置として広く用いられている。しかし、これまでの使用目的としては、試料の表面観察やX線分析が主体であった。最近になって、試料の内部構造をナノメートルレベルで観察できる透過形走査電子顕微鏡（Scanning Transmission Electron Microscope；以下STEMと略す）が注目されている。STEM像は、従来の透過形電子顕微鏡（TEM）像とほぼ同等であるが、次のような特徴をもっている。

【0003】（1）STEMでは、透過電子の増幅器の特性を変えることによって像のコントラストを変えることができる。このため、特に入射電子のエネルギーが30keV以下の場合、無染色切片のようにコントラストのない試料でも十分高いコントラストで観察できる。

【0004】（2）STEMでは、電子プローブをできるだけ小さく絞ることにより、試料面上を走査することから、ビーム照射量や照射領域を適当に調節することが可能である。

【0005】これらの特徴と、電界放出形電子銃（Field Emission Gun；以下FE-電子銃と略す）とを組み合わせると、高輝度、超高分解能FE-STEMとなり、原子・分子レベルの観察装置としてきわめて有用な装置となる。このため、高分子材料の分野でも、注目されてきているが、まだもっぱら構造観察に利用されることが多い。数 $\mu\text{m}$ 以下の微視的な領域での材料特性評価用としての利用は未踏の領域となっており、具体的な手段や方法は見出されていなかった。特に、高分子材料の特性評価の中で、極微小領域での物質の密度を評価する手段は見出されていなかった。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、従来技術では達しえなかった、微視的な領域での物質の密度、特に高分子材料での密度を、透過形走査電子線装置を用いて評価できる装置及び方法を提供することにある。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するために、本発明では、STEMによる微小領域の観察だけではなく、試料への入射電子強度 $I_{in}$ を検出する手段と、前記試料を透過した電子強度 $I_{out}$ を検出する手段を設け、透過電子強度と入射電子強度の比、すなわち、その試料の電子線透過率 $I_{out}/I_{in}$ と、走査領域での（試料厚さ $t$ ） $\times$ （物質の密度 $\rho$ ）との関係から、走査領域中の物質の密度を評価できるよう構成し、また、該方

法で試料密度を測定することにある。

#### 【0008】

【作用】入射電子強度検出手段は、対物レンズ絞りでカットされる電子プローブの一部を検出する手段か、試料の上方で、光軸に対し出し入れ可能な第1のファラデーカップ装置とする。又は、電子プローブを偏向させる手段と、光軸外で固定的に配置されたファラデーカップ装置により、試料に入射する電子流を偏向させることにより、入射電子強度を検知できるようにしている。一方、透過電子強度検出手段は、試料の下方で、シンチレータ、ライトガイド及びフォトマルチプライヤーなどで構成された透過電子検出器で検出するか、又は、試料の下方に第2のファラデーカップ装置を、光軸から出し入れ可能にして透過電子流を検出できるようにしている。あるいは試料の下方に偏向手段を設けて、光軸外に固定的に配置されたファラデーカップ装置へ透過電子流を偏向させて検出できるようにしている。又は、透過電子エネルギー分析装置を設けることにより、透過電子強度を検出するようにしている。このように検出された透過電子強度信号と入射電子強度信号を演算回路に取り込んで出力し、上記した  $I_{out}/I_{in}$  と  $t \cdot \rho$  の関係が調べられるようにしている。

#### 【0009】

【実施例】以下、図面を用いて本発明を詳細に説明する。

【0010】図1は、本発明の一実施例であり、電界放出形電子銃を搭載した透過形走査電子顕微鏡(FE-STEM)に本発明の入射電子強度検出手段と、透過電子検出手段を設けた構成概略図を示している。同図において、電界放出陰極1と静電レンズ2などから成る電界放出形電子銃3から放出された電子ビーム4は、第1コンデンサレンズ5、第2コンデンサレンズ6及び対物レンズ7により、インレンズ方式5の試料ステージ8上の試料9の面上で極めて細い電子プローブ10に収束される。電子プローブ10は、走査電源12を通して偏向コイル13で偏向することにより、試料面上で二次元的に\*

$$I_{out} = I_{in} \cdot \exp(-A \rho t)$$

ここに、 $\rho$  : 走査領域内の物質の密度

$t$  : 試料厚さ

$A$  : 定数

※40

$$\rho t = (1/A) \cdot \ln(I_{in}/I_{out})$$

したがって、試料の厚さ  $t$  と、透過電子強度  $I_{out}$  と入射電子強度  $I_{in}$  との比から、密度  $\rho$  を求めることができる。

【0013】図1の実施例では、対物レンズ絞り26で検出される電子プローブ10の一部分が、入射電子流に比例することから、対物レンズ絞り26で検出された吸収電子信号を増幅器27で増幅し、比例定数をかけて、入射電子強度  $I_{in}$  の信号としている。一方、透過電子強度  $I_{out}$  は試料9の下方に設けられた前記シンチレータ

\* 走査される。試料上に入射した電子は、試料物質との相互作用によって、後方散乱電子(図示せず)、二次電子14、吸収電子(図示せず)、透過電子15、X線(図示せず)、カソードルミネッセンス(図示せず)などの種々の信号(試料情報)を与える。STEMの場合は、透過電子信号を検出できるように、試料は極めて薄い切片(通常、厚さ数100nm以下)に処理され、試料ステージ8上にセットされる。試料9を透過した電子15には、原子と衝突しないで出てきた透過電子(非散乱電子)、エネルギーを失わずに弾性散乱された電子、原子と衝突してエネルギーの一部を失って出てきた非弾性散乱電子とがまざっている。このような透過電子信号は、試料の下方に配置したシンチレータ16、ライトガイド17、フォトマルチプライヤ18などで構成される透過電子検出器19で検出される。さらにこの信号は、増幅回路20で増幅され、映像信号として信号選択回路21を経て陰極線管(Cathode Ray Tube; 以下CRTと略す)22に送られ、STEM像となる。観察している像の倍率は、CRT上でのスクリーン幅と試料上での電子プローブ10の走査幅の比で決まる。この倍率の変化は、倍率変化回路23と走査電源12によって行われる。また、倍率の調整や偏向コイルの偏向角の調整は、偏向制御回路24によって行われる。なお、試料9の二次電子像を観察したい場合は、試料の上方に二次電子検出器25を配置して二次電子信号を検出し、信号選択回路21を経てCRTに信号を送れば、試料表面の走査像が得られる。反射電子像についても同様である。

【0011】さて、このような装置で超薄切片試料を観察した場合、通常のTEMと同様な透過電子像が得られるが、STEMの場合、試料上での観察領域を二次元的に走査することから、入射電子強度(入射電子流)  $I_{in}$  と透過電子強度(出射電子流)  $I_{out}$  を時々刻々、走査領域(視野)に対応して測定することが可能である。この入射電子強度  $I_{in}$  と透過電子強度  $I_{out}$  は次のような関係式で近似できると考えられる。

#### 【0012】

$$\dots (1)$$

※今、入射電子の加速電圧、エネルギー幅、入射角を一定とすると(1)式から

$$\dots (2)$$

16、ライトガイド17、フォトマルチプライヤー18などから構成される透過電子検出器19によって検出された透過電子信号と同等とみなし、演算回路28に導いている。該演算回路は割算や加算、減算できる回路であるが、ここでは、割算回路で  $I_{in}/I_{out}$  の演算を行い、切替スイッチ29により適宜、CRT22に信号として送り出し、表示できるようになっている。X方向のみ走査すればCRT上では、ラインプロファイルのように  $I_{in}/I_{out}$  の変化を表示する。また、二次元的な走

査にすれば、 $I_{in}/I_{out}$  に相当する輝度変化でもって、STEM像が得られる。なお、図示しないが、前記演算回路28を通したあとの、 $I_{in}/I_{out}$  のデータを記録計に出力するようにしてもよい。また、図1の実施例において、入射電子強度は対物レンズ絞り26で検出されるプローブ電流の一部を利用したが、FE電子銃3と第1コンデンサレンズ5の間に設けられたFEノイズキャンセル用の絞り、いわゆるビームモニタ絞り30によって検出される電気信号を用いてもよい。ただし、コンデンサレンズ5で細く絞る前の電子ビームを利用することになるので、試料への入射電子強度との対応精度は対物レンズ絞り26で検出する場合よりも多少悪くなる。

【0014】図2は、本発明の他の一実施例である。以下、図1とほぼ同一の構成部材を意味するものは同一番号でもって示すものとする。この実施例では、試料9の上方に入射電子流を検出する第1のファラデーカップ装置31を、また、試料の下方には透過電子流を検出する第2のファラデーカップ装置32を設け、それぞれ、電子線光軸から自在に出し入れできるようにしている。

【0015】このような構成により、試料への入射電子強度と、試料からの透過電子強度を正確に検出できるようになる。なお、前記第1のファラデーカップ装置31の代りに、試料ステージ8上の試料9の近傍にファラデーカップに相当する部材を配置し、試料ステージ8を移\*

$$t = \lambda \cdot \ln(I_t/I_0)$$

$\lambda$ ：非弾性散乱の平均自由行程

$I_t$ ：EELSのスペクトルの全強度

$I_0$ ：EELSのゼロロススペクトルの強度

この $t$ の値により、物質の密度 $\rho$ を求めることができる。

【0018】また、EELS装置35により、全透過電子を検出できるため、ファラデーカップ32は必ずしも設ける必要は無い。又、EELS装置35の出力を画像信号として使用することも可能である。

【0019】図4において透過電子検出器19は横方向から出し入れする方法であるが、この限りではなく、透過電子検出器19を軸外に固定し、図3で示した偏向装置34を設け、透過電子を偏向し透過電子検出器19で検出出来るようにしてもよい。

【0020】

【発明の効果】以上述べたごとく、本発明によれば、STEMで観察している領域の物質の密度を知ることがで※

\*動して、適時、試料9への入射電子流を検出するようにしてもかまわない。

【0016】図3は、本発明の他の一実施例であり、前記第1及び第2のファラデーカップ31a、32aをいちいち光軸から出し入れしなくともすむように光軸外に固定して設け、電子プローブの偏向装置33と、透過電子偏向装置34を対物レンズ7の上下に設けたものである。これにより、適宜、電子ビームを偏向させて、各々のファラデーカップ内に電子流が検出されるよう偏向手段が設けられている。この偏向手段は、偏向コイルで電磁的に行うようになっていてもよい。あるいは、静電偏向板で偏向できるようにしてもよい。また、対物レンズ上部の偏向装置は、第2コンデンサレンズ6の下方の走査用偏向コイルと兼用できるようにしてもよい。

【0017】図4は、図2で示した実施例に加えて試料9の厚さを電子エネルギーロススペクトロメーター(Electron Energy-Loss Spectrometer; 通称EELS)法によって調べられるように、EELS装置35を対物レンズ7の下方に設けた実施例である(透過電子検出器19は横方向から出し入れできるようにしている。)。EELS装置35が無い場合は試料9の厚み $t$ は別の装置により、測定する必要があった。しかし、EELS装置35でゼロスペクトル及び非弾性散乱のスペクトルを測定することにより試料の厚み $t$ が次式(3)で求めることができる。

$$\dots (3)$$

※きるようになる。特に、高分子材料の分野では、微視的な材料特性を知る上で有力な装置及び方法となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例を示す構成概略図である。

【図2】本発明の他の一実施例を示す構成概略図である。

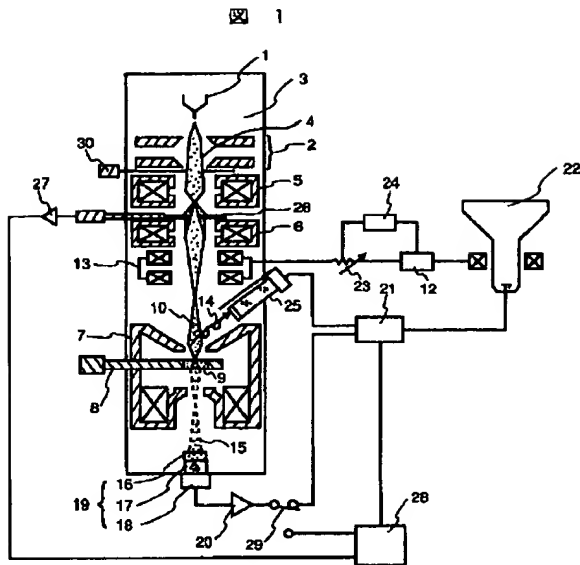
【図3】本発明の他の一実施例を示す構成概略図である。

【図4】本発明の他の一実施例を示す構成概略図である。

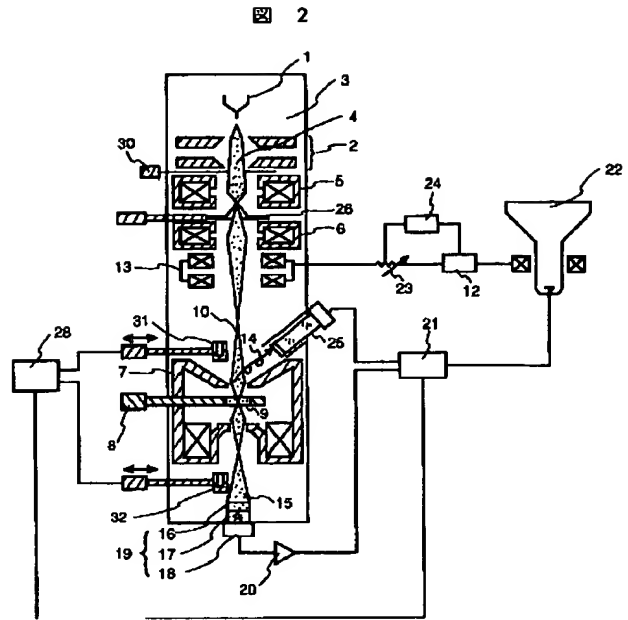
【符号の説明】

3…電界放出形電子銃、9…試料、10…電子プローブ、15…透過電子、19…透過電子検出器、28…演算回路、31、31a、32、32a…ファラデーカップ装置、33…電子プローブ偏向装置、34…透過電子偏向装置、35…電子エネルギーロススペクトロメーター(EELS)。

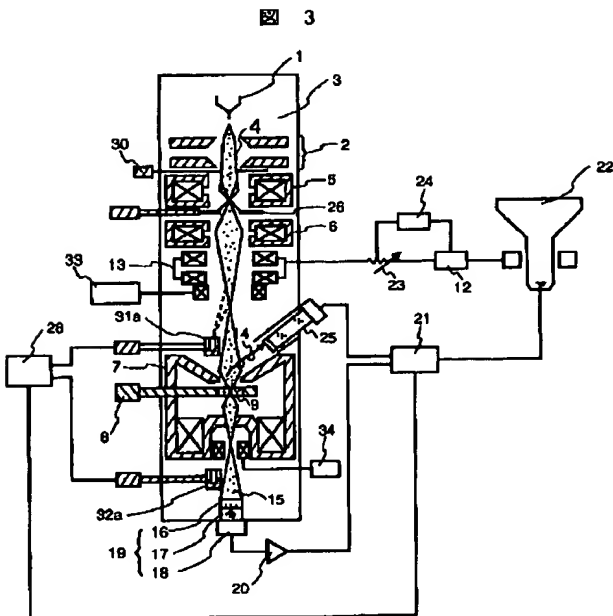
【図1】



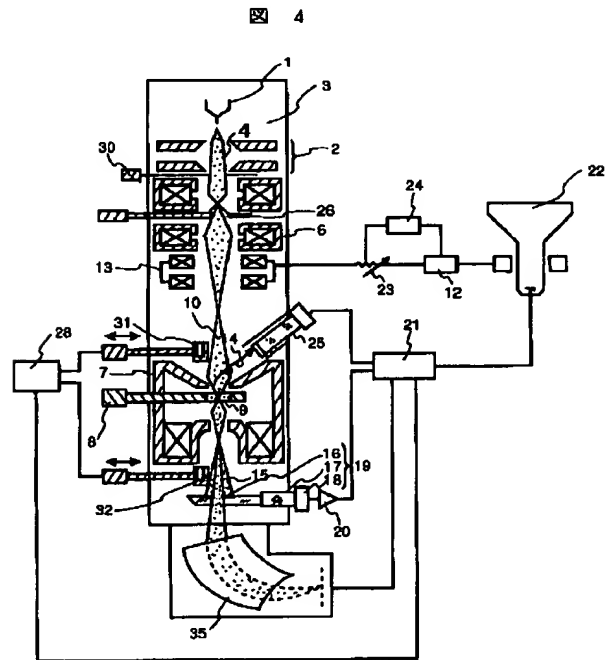
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 岡本 達希  
神奈川県横須賀市長坂2丁目6番1号 財  
団法人 電力中央研究所 横須賀研究所内

(72)発明者 大蔵 昭光  
茨城県勝田市市毛1040番地 株式会社日立  
サイエンスシステムズ内

(72)発明者 中川 美音  
茨城県勝田市堀口字長久保832番地2 日  
立計測エンジニアリング株式会社内